

DERWENT-ACC-NO: 2003-431583

DERWENT-WEEK: 200341

COPYRIGHT 2006 DERWENT INFORMATION LTD

TITLE: Process for preparation of a modified polyester of improved mechanical and rheological properties containing a hyperbranched polymer

INVENTOR: BORER, C; CHRISTEL, A ;CULBERT, B

PATENT-ASSIGNEE: BUEHLER AG [BUHL]

PRIORITY-DATA: 2001DE-1036911 (July 30, 2001)

PATENT-FAMILY:

PUB-NO	PUB-DATE	LANGUAGE	PAGES	MAINIPC
DE 10136911 A1	February 20, 2003	N/A	006	C08G 063/91

APPLICATION-DATA:

PUB-NO	APPL-DESCRIPTOR	APPL-NO	APPL-DATE
DE 10136911A1	N/A	2001DE1036911	July 30, 2001

INT-CL (IPC): C08G063/183, C08G063/80 , C08G063/91

ABSTRACTED-PUB-NO: DE 10136911A

BASIC-ABSTRACT:

NOVELTY - A process for preparation of a modified polyester of improved mechanical and rheological properties involving mixing of a polyester with a hyperbranched polymer (HBP), melting of the mixture, and cooling to give a solid, which is then subjected to solid phasepost condensation is new.

DETAILED DESCRIPTION - INDEPENDENT CLAIMS are also included for

(1) conversion of the post-condensation mixture to a product in further process step;

(2) an additive packet for preparation of the modified polyester comprising: an HBP, one or more further additives, especially impact modifiers, nucleating agents, catalysts, colorants, pigments, stabilizers, compatibility agents, mol. wt. increasing agents, elasticity increasing additives, strengthened fibers, and fillers.

USE - None given.

ADVANTAGE - The modified polyesters have improved mechanical and rheological properties.

CHOSEN-DRAWING: Dwg.0/0

TITLE-TERMS: PROCESS PREPARATION MODIFIED POLYESTER IMPROVE MECHANICAL RHEOLOGICAL PROPERTIES CONTAIN POLYMER

DERWENT-CLASS: A23

CPI-CODES: A05-E01C; A10-E01;

ENHANCED-POLYMER-INDEXING:

Polymer Index [1.1]

018 ; P0839*R F41 D01 D63 ; H0226 ; L9999 L2391 ; M9999 M2391 ;
S9999 S1285*R ; S9999 S1649*R ; S9999 S1070*R ; S9999 S1309*R ;

AN 2003:131783 CAPLUS
DN 138:153950
ED Entered STN: 21 Feb 2003
TI Hyperbranched post-condensed polyesters
IN Christel, Andreas; Borer, Camille; Culbert, Brent-Allen
PA Buehler AG, Switz.
SO Ger. Offen., 6 pp.
CODEN: GWXXBX
DT Patent
LA German
IC ICM C08G063-91
ICS C08G063-183; C08G063-80
CC 35-3 (Chemistry of Synthetic High Polymers)

FAN.CNT 1

PATENT NO.	KIND	DATE	APPLICATION NO.	DATE
PI DE 10136911	A1	20030220	DE 2001-10136911	20010730
PRAI DE 2001-10136911		20010730		

CLASS

PATENT NO.	CLASS	PATENT FAMILY CLASSIFICATION CODES
DE 10136911	ICM	C08G063-91
	ICS	C08G063-183; C08G063-80
	IPCI	C08G0063-91 [ICM,7]; C08G0063-183 [ICS,7]; C08G0063-80 [ICS,7]; C08G0063-00 [ICS,7,C*]
	IPCR	C08G0063-00 [I,C*]; C08G0063-80 [I,A]; C08G0081-00 [I,A]; C08G0081-00 [I,C*]; C08L0067-00 [I,C*]; C08L0067-02 [I,A]; C08L0101-00 [I,A]; C08L0101-00 [I,C*]
	ECLA	C08G063/80; C08L067/02+B

AB The title polyesters, highly-branched with high mol. weight and good rheol. and mech. properties, are prepared by melting mixts. of polyesters with hyperbranched polymers, cooling, and post-condensing in the solid phase. A dried, granulated polyester (Eastman, 9921W) was mixed with 0.04% milled, hyperbranched polymer (Boltorn H 20, dendritic, theor. 16 primary OH groups, mol. weight 1747), extruded, crystallized, and post-condensed at 210° for 7 h to give a polyester with intrinsic viscosity 0.800, tensile strength (drawing factor 157) 6.8 bar, maximum tensile strength at maximum drawing factor 12.1 bar, and maximum drawing factor without cracking 267.

ST polyester hyperbranched manuf; condensation polyester hyperbranched; Bolteron hyperbranching agent polyester

IT Synthetic fibers

RL: IMF (Industrial manufacture); PREP (Preparation)
(hyperbranched post-condensed polyesters for use as fibers)

IT Yarns

(hyperbranched post-condensed polyesters for use as yarns)

IT Recycling of plastics and rubbers

(hyperbranched post-condensed polyesters from recycled PET)

IT Dendritic polymers

RL: IMF (Industrial manufacture); PRP (Properties); PREP (Preparation)
(hyperbranched, reaction products with polyesters;
hyperbranched post-condensed polyesters)

IT Polyesters, preparation

RL: IMF (Industrial manufacture); PRP (Properties); PREP (Preparation)
(hyperbranched; hyperbranched post-condensed polyesters)

IT Packaging materials

(tapes; hyperbranched post-condensed polyesters for use as packaging tapes)

PUB-NO: DE010136911A1
DOCUMENT-IDENTIFIER: DE 10136911 A1
TITLE: Process for preparation of a modified polyester of improved mechanical and rheological properties containing a hyperbranched polymer
PUBN-DATE: February 20, 2003

INVENTOR-INFORMATION:

NAME	COUNTRY
CHRISTEL, ANDREAS	CH
BORER, CAMILLE	CH
CULBERT, BRENT-ALLEN	CH

ASSIGNEE-INFORMATION:

NAME	COUNTRY
BUEHLER AG	CH

APPL-NO: DE10136911

APPL-DATE: July 30, 2001

PRIORITY-DATA: DE10136911A (July 30, 2001)

INT-CL (IPC): C08G063/91, C08G063/183 , C08G063/80

EUR-CL (EPC): C08G063/80 ; C08G081/00, C08L067/02 , C08L101/00

ABSTRACT:

CHG DATE=20031203 STATUS=0>A process for preparation of a modified polyester of improved mechanical and rheological properties involving mixing of a polyester with a hyperbranched polymer (HBP), melting of the mixture, and cooling to give a solid, which is then subjected to solid phase post condensation is new. Independent claims are also included for (1) conversion of the post-condensation mixture to a product in further process step; (2) an additive packet for preparation of the modified polyester comprising: an HBP, one or more further additives, especially impact modifiers, nucleating agents, catalysts, colorants, pigments, stabilizers, compatibility agents, mol. wt. increasing agents, elasticity increasing additives, strengthened fibers, and fillers.



⑯ BUNDESREPUBLIK
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES
PATENT- UND
MARKENAMT

⑯ ⑫ Offenlegungsschrift
⑯ ⑩ DE 101 36 911 A 1

⑮ Int. Cl. 7:
C 08 G 63/91
C 08 G 63/183
C 08 G 63/80

⑯ ⑰ Aktenzeichen: 101 36 911.5
⑯ ⑱ Anmeldetag: 30. 7. 2001
⑯ ⑲ Offenlegungstag: 20. 2. 2003

DE 101 36 911 A 1

⑯ ⑳ Anmelder:
Bühler AG, Uzwil, CH
⑯ ㉑ Vertreter:
Frommhold, J., Dr., Pat.-Ass., 38114 Braunschweig

⑯ ㉒ Erfinder:
Christel, Andreas, Zuzwil, CH; Borer, Camille,
Flurlingen, CH; Culbert, Brent-Allen, Wil, CH

Die folgenden Angaben sind den vom Anmelder eingereichten Unterlagen entnommen

- ⑯ ㉓ Modifizierte nachkondensierte Polyester
⑯ ㉔ Die Erfindung bezieht sich auf ein Verfahren zur Herstellung eines modifizierten Polyesters mit verbesserten rheologischen und mechanischen Eigenschaften, dadurch gekennzeichnet, dass ein Polyester mit einem hyperverzweigten Polymer (HBP) gemischt und aufgeschmolzen wird, die geschmolzene Mischung durch Abkühlen in eine feste Form überführt wird und die Mischung in fester Form einer Festphasen-Nachkondensation unterzogen wird, sowie auf ein Produkt, das durch dieses Verfahren hergestellt wird, wobei die nachkondensierte Mischung in einem weiteren Verfahrensschritt zu dem Produkt verarbeitet wird.

DE 101 36 911 A 1

DE 101 36 911 A 1

Beschreibung

- [0001] Die Erfindung bezieht sich auf ein Verfahren zur Herstellung eines modifizierten Polyesters mit verbesserten rheologischen und mechanischen Eigenschaften gemäss Anspruch 1, auf ein durch das erfundungsgemäss Verfahren hergestelltes Produkt mit verbesserten mechanischen Eigenschaften gemäss Anspruch 18 sowie auf ein für die Herstellung eines derartigen modifizierten Polyesters verwendbares Additivpaket gemäss Anspruch 20.
- [0002] Es ist bekannt, Polyester zur Verbesserung der rheologischen wie auch mechanischen Eigenschaften zusammen mit reaktiven Additiven zu verarbeiten. Erfolgt diese Verarbeitung in der Schmelze zum Beispiel in einem Extruder, so ist der Polyester gleichzeitig zu der Aufbaureaktion mit dem reaktiven Additiv auch verschiedenen Abbaureaktionen unterworfen, die das Erreichen eines hohen Molekulargewichts begrenzen oder ihm sogar entgegenwirken.
- [0003] Besonders dann, wenn Additive mit drei oder mehreren funktionellen Gruppen eingesetzt werden, kann ein inhomogenes Gemisch aus stark vernetzten Partikeln oder Gels in einer sonst niedermolekularen Matrix entstehen.
- [0004] Demzufolge müssen kurze Verarbeitungszeiten eingesetzt werden, die es jedoch nicht zulassen, dass sämtliche oder nahezu sämtliche der reaktiven Stellen des reaktiven Additives mit dem Polyester reagieren.
- [0005] Es ist auch bekannt, dass sich durch Nachkondensation in der Festphase eine vollständigere Reaktion erzielen lässt. Dabei ist jedoch zu beachten, dass sich durch den Einsatz der üblicherweise kleinen reaktiven Additivmoleküle mit einigen wenigen funktionellen Gruppen nur eine geringe Anzahl von Polyesterketten miteinander verbinden lässt ohne gleichzeitig zu einer Vernetzung und somit Inhomogenität und/oder Versprödung zu führen.
- [0006] Auch beim Einsatz eines mehrheitlich linearen Makromoleküls mit mehreren funktionellen Gruppen besteht die Gefahr der Vernetzung.
- [0007] Beim Einsatz von reaktiven Additiven mit nur zwei funktionellen Gruppen besteht zwar keine Gefahr der Vernetzung, eine Verzweigung zur Verbesserung der rheologischen Eigenschaften kann jedoch nicht erzielt werden.
- [0008] Der Erfindung liegt daher die Aufgabe zugrunde, ein Verfahren zur Verfügung zu stellen, bei dem eine grosse Zahl von Polyesterketten zu Makromolekülen mit hohem Verzweigungsgrad und sehr hohem Molekulargewicht verbunden werden, ohne dabei jedoch eine massgebliche Menge an Vernetzungen zu erzeugen.
- [0009] Diese Aufgabe wird durch das Verfahren nach Anspruch 1 gelöst, das durch die folgenden Schritte gekennzeichnet ist:

- Mischen und Aufschmelzen eines Polyesters mit einem hyperverzweigten Polymer (HBP);
- Überführen der geschmolzenen Mischung durch Abkühlen in eine feste Form;
- Durchführen einer Festphasen-Nachkondensation an der Mischung in fester Form.

[0010] Mittels des erfundungsgemässen Verfahrens lassen sich gezielt modifizierte Polyester mit speziellen rheologischen und letztendlich speziellen mechanischen Eigenschaften für spezielle Endprodukte aus diesem Polyestermaterial herstellen, indem in den genannten Schritten die folgenden und ggf. noch weitere Parameter je nach Bedarf eingestellt werden:

- Konzentration des HBP in dem zu verarbeitenden Gemisch
 - Art des HBP, insbesondere Art und Zahl der funktionellen Gruppen
 - Behandlungsdauer in dem jeweiligen Schritt
 - Behandlungstemperatur in dem jeweiligen Schritt
 - Intensität der auf das Gemisch einwirkenden Scherung
 - etc.
- [0011] Dadurch können insbesondere sowohl der Verzweigungsgrad als auch der Vernetzungsgrad der Makromoleküle gezielt beeinflusst werden. So kann z. B. durch mehr Verzweigung der einzelnen separaten Moleküle und gleichzeitig weniger Vernetzung der Moleküle eine hohe Schmelzfestigkeit bei gleichzeitig geringer Sprödigkeit (hoher Bruchfestigkeit) der erstarrten Schmelze (Endprodukt) erzielt werden.
- [0012] Weitere vorteilhafte Ausführungen des erfundungsgemässen Verfahrens ergeben sich aus den Unteransprüchen und aus der folgenden Beschreibung wesentlicher Elemente der vorliegenden Erfindung.

PET

[0013] Ein Polyester, insbesondere ein thermoplastisches Polyethylenterephthalat, Polybutylenterephthalat, Polyethylenphthalat oder Polycarbonat, wird verwendet. Sowohl Neumaterial als auch recyceltes Material, insbesondere in Form recycelter PET-Flaschenschnitzel, kann verwendet werden. Das Polyestermaterial kann als Homopolymer oder als Copolymer vorliegen, wobei das Molekulargewicht des Polyesters, gemessen als intrinsische Viskosität IV, zwischen 0.2 und 1.0, typischerweise zwischen 0.6 und 0.85 dL/g liegt. Recyceltes Material umfasst Material, das als Konsumenten-Rezyklat wie auch industrielles Rezyklat von Produkten wie Flaschen, Folien oder Fasern anfällt und entweder direkt verarbeitet wird oder vorgängig sortiert, gewaschen und zerkleinert wird.

HBP

[0014] Als hyperverzweigtes Polymer (Hyper Branched Polymer: HBP) oder auch als hyperverzweigte dendritische Makromoleküle (Hyperbranched Dendritic Macromolecules) werden generell dreidimensionale, stark verzweigte Moleküle mit einer baumähnlichen Verzweigungsstruktur bezeichnet. Dazu gehören die stark symmetrischen Dendrimere, wie auch ähnliche Strukturen mit höherem Asymmetriegrad. Hyperverzweigte dendritische Makromoleküle bestehen aus einem Kern mit einer oder mehreren reaktiven Stellen oder funktionellen Gruppen und einer Anzahl Verzweigungsschichten.

DE 101 36 911 A 1

ten, die aus einem oder mehreren verzweigten Kettenverlängerern mit wenigstens drei reaktiven Stellen oder funktionellen Gruppen bestehen, sowie optional einer oder mehrerer Abstandhalterschichten und/oder einer Schicht kettenbeender Moleküle oder funktioneller Gruppen, wobei zumindest eine reaktive Stelle oder funktionelle Gruppe mit einer reaktiven Stelle des Polymers, in das das HBP eingearbeitet werden soll, reagieren und zu einer Verbindung führen kann. Für die Reaktion mit Polyester bevorzugte funktionelle Gruppen sind zum Beispiel Hydroxyl-, Epoxy-, Anhydrid- oder Carboxyl-Gruppen. Durch Wiederholung der Verzweigugsschichten kann eine erhöhte Anzahl von funktionellen Gruppen erzielt werden. Eine genaue Beschreibung ist in der WO 97/45474 gegeben, die hiermit in diese Anmeldung eingeschlossen wird.

5

Additive

10

[0015] Das HBP kann alleine oder als Bestandteil eines Additivpaketes zugegeben werden. Zur Herstellung des Additivpaketes werden weiter Additive eingesetzt aus der Gruppe der Schlagzähmodifikatoren, Nukleierungsmittel, Katalysatoren, Farbstoffe und Pigmente, Stabilisatoren, Verträglichkeitsmachern, molekulargewichtserhöhenden oder elastizitätserhöhenden Additive, verstärkenden Fasern oder Füllstoffe. Zusätzlich kann ein Trägermaterial verwendet werden, in das sich alle Additive einarbeiten lassen. Das Additivpaket kann sowohl als homogenes Pulver oder Granulat wie auch als einfache Additivmischung vorliegen.

15

Verarbeiten

20

Mischen

25

[0016] Das Mischen und Schmelzen des Polyesters mit dem HBP kann in einem Extruder, Kneter oder einer anderen geeigneten Apparatur, wie zum Beispiel einem Schmelzpolymerisationsreaktor, wie er bei der Herstellung von Polyester verwendet wird, erfolgen. Als Extruder kommen sowohl Einwellen- und Zweiwellenextruder in Frage, als auch Mehrwellenextruder wie ein Ringextruder oder Planetenextruder. Der Polyester und das HBP können sowohl gleichzeitig wie auch nacheinander in die Mischapparatur eingebracht werden. Dabei kann das HBP als Feststoff dem Polyester im festen wie auch im geschmolzenem Zustand zugeführt werden. Es besteht auch die Möglichkeit, den Polyester und das HBP in getrennten Maschinen aufzuschmelzen und erst anschliessend zu vermischen.

30

[0017] Das HBP kann während des Aufschmelzens und Mischens mit dem Polyester reagieren. Dabei soll der Prozess so geführt werden, insbesondere durch Kontrolle der Verweilzeit und der Temperatur, dass nicht alle freien reaktiven Endgruppen mit dem Polyester reagieren.

35

[0018] Zur Verarbeitung des Polyesters ist es sinnvoll, den Polyester und gegebenenfalls auch das HBP von Wasser zu befreien. Dies geschieht nach bekannten Trocknungsverfahren entweder in einem separaten Trockner oder auch in einem Extruder, und zwar solange sich die Materialien noch im festen Zustand befinden oder aber auch durch Entgasung der Schmelze.

40

[0019] Weitere Verfahrensschritte können dem Aufschmelzvorgang folgen, wie zum Beispiel eine Schmelzeentgasung, Schmelzefiltration, Einmischung und Homogenisierung weiterer Additive oder ein Druckaufbau zur Formgebung und Förderung des Materials. Das geschmolzene Material wird durch Abkühlen in Kontakt mit einem geeignetem Kühlmedium, wie zum Beispiel Luft, Wasser oder einer gekühlten Oberfläche, in die Feste Form zurückgeführt. Vorgezugsweise wird das Material zuvor durch eine formgebende Düse oder in eine Form gepresst. Ein übliches Verfahren ist die Granulation zum Beispiel durch Stranggranulation oder Kopfgranulation. Es können aber auch Folien oder andere geformte Stücke gegebenenfalls nach einer Zerkleinerung eingesetzt werden.

45

Verarbeiten

45

Festphasen-Nachkondensation und Kristallisation

50

[0020] Während des Schrittes der Festphasen-Nachkondensation reagieren ein Teil oder alle der noch freien reaktiven Endgruppen des HBP mit dem Polyester. Gleichzeitig reagieren die Moleküle des Polyesters miteinander. Beides führt zu einer Erhöhung des Molekulargewichtes, wobei je nach Menge an HBP und Vollständigkeit der Reaktion ein verzweigter oder vernetzter modifizierter Polyester entsteht. In vielen Fällen ist eine Vernetzung nicht erwünscht (Sprödigkeit), und die HBP-Konzentration und Prozessbedingungen werden so gewählt, dass ein verzweigter modifizierter Polyester entsteht.

55

[0021] Die Festphasen-Nachkondensation kann sowohl kontinuierlich wie auch als Batch-Prozess unter Vakuum oder in einem Gasstrom, wie zum Beispiel Luft, Stickstoff, Wasserdampf oder Kohlendioxid, erfolgen.

60

[0022] Vor dem Schritt der Festphasen-Nachkondensation muss üblicherweise ein Schritt der Kristallisation erfolgen. Dieser Kristallisationsschritt kann als Bestandteil des Abkühl- oder Granulationsprozesses oder auch innerhalb des Nachkondensationsreaktors erfolgen. Der Kristallisationsschritt kann aber auch in einem gesonderten Prozessschritt erfolgen. Typischerweise Verwendung finden Reaktoren mit mechanischen Rührern, in denen das Produkt erwärmt wird, oder Apparate, in denen das Produkt durch einen Gasstrom erhitzt und bewegt wird, wie z. B. in einem Fliessbett-, Wirbelbett- oder Sprudelbettapparat. Die Kristallisation kann in einem oder mehreren Schritten erfolgen.

65

[0023] Der Festphasen-Nachkondensation kann ein weiterer Schritt zur Abkühlung oder zur Weiterverarbeitung folgen. Das Abkühlen kann als Bestandteil des Nachkondensationsprozesses oder in einem gesonderten Prozessschritt erfolgen.

[0024] Die folgenden Versuche sollen die Vorteile des erfundungsgemäßen Verfahrens verdeutlichen. Die Messergebnisse sind in Tabelle 1 zusammengefasst.

DE 101 36 911 A 1

Beispiel 1

- [0025] Ein Polyester Granulat (Eastman, 9921W) wurde gemahlen und für 12 Stunden bei 105°C im Vakuum getrocknet. Das Material wurde in einem gleichdrehenden Zweiwellenextruder (Prism TSE 16) bei 220°C im Einzugsbereich, 5 265°C Aufschmelz- und Förderbereich und 240°C an der Düse extrudiert und anschliessend granuliert. Die Lösungsviskosität (IV) in Phenol/Dichlorbenzol, sowie die Dehnungsviskosität bei 270°C mittels eines Kapillarrheometers mit Abzugsvorrichtung wurden gemessen und daraus die Zugspannung bei den jeweiligen Verstreckungsgraden bestimmt.
- [0026] Die Zugspannung ist berechnet nach: $F \cdot (V_f - V_o)/Ad/V_o$
- [0027] Der Verstreckungsfaktor ist berechnet nach V_f/V_o
- 10 wobei F = Abzugskraft
 V_f = Abzugsgeschwindigkeit des Fadens
 V_o = Austrittsgeschwindigkeit aus der Düse
 Ad = Düsenfläche

15 Beispiel 2

- [0028] 2 kg des extrudierten Polyester-Granulates aus Beispiel 1 wurde anschliessend für 20 Minuten bei 175°C unter Luft in einem Fliessbettreaktor kristallisiert. 0.5 kg davon wurden für 7 Stunden bei 210°C im Stickstoffstrom nachkondensiert und danach rasch abgekühlt. Wiederum erfolgte eine Bestimmung der Zugspannung bei gegebenen Verstreckungsgraden und des IV.

Beispiel 3

- 25 [0029] Ein Polyester-Granulat (Eastman, 9921W; IV = 0.8) wurde gemahlen und mit 0.04% eines ebenfalls gemahlenen HBP (Perstorp, Bolteron H20, ein zweischichtiges dendritisches Polymer mit theoretisch 16 primären Hydroxylgruppen und einem Molekulargewicht von 1747 g/mol) vermischt und analog zu den Bedingungen aus Beispiel 1 verarbeitet und gemessen.

30 Beispiel 4

- 30 [0030] Extrudiertes Produkt aus Beispiel 3 wurde analog zu den Bedingungen aus Beispiel 2 verarbeitet und gemessen, wobei jedoch die Nachkondensation über 5 Stunden bei 210°C erfolgte.

Beispiel 5

- 35 [0031] Beispiel 3 wurde wiederholt mit 0.1% des HBP.

Beispiel 6

- 40 [0032] Extrudiertes Produkt aus Beispiel 5 wurde analog zu den Bedingungen aus Beispiel 2 verarbeitet und gemessen, wobei jedoch die Nachkondensation über 4 Stunden bei 210°C erfolgte.

Beispiel 7

- 45 [0033] Beispiel 3 wurde wiederholt jedoch mit 0.04% eines HBP (Perstorp, Bolteron H40, ein vierstufiges dendritisches Polymer mit theoretisch 64 primären Hydroxylgruppen und einem Molekulargewicht von 7316 g/mol).

Beispiel 8

- 50 [0034] Extrudiertes Produkt aus Beispiel 7 wurde analog zu den Bedingungen aus Beispiel 2 verarbeitet und gemessen, wobei jedoch die Nachkondensation über 6 Stunden bei 210°C erfolgte.

Beispiel 9

- 55 [0035] Beispiel 7 wurde wiederholt jedoch mit 0.1% des HBP.

Beispiel 10

- 60 [0036] Extrudiertes Produkt aus Beispiel 9 wurde analog zu den Bedingungen aus Beispiel 2 verarbeitet und gemessen, wobei jedoch die Nachkondensation über 5 Stunden bei 210°C erfolgte.
Spalte A: Beispield Nummer
Spalte B: IV in [dl/g]
Spalte C: Zugspannung in [bar] bei einem Verstreckungsfaktor von 157
Spalte D: maximale Zugspannung [bar] bei maximalem Verstreckungsfaktor
65 Spalte E: maximaler Verstreckungsfaktor

DE 101 36 911 A 1

Tabelle 1

A	B	C	D	E
1	0.83	11.2	21.6	231
2	1.06	34	45.2	196
3	0.800	6.8	12.1	267*
4	0.987	29.7	83.3	267*
5	0.809	14.4	26.5	267*
6	0.977	61.6	61.6	157
7	0.812	7.8	13.2	267*
8	0.991	28.7	58.6	249
9	0.795	13.3	23.5	231
10	0.981	31.3	77.4	267*

* Maximal erreichbarer Verstreckungsfaktor erreicht ohne Fadenriss.

[0037] Aus dem Vergleich der Daten in Tabelle 1 wird ersichtlich, dass sich durch Extrusion mit einem HBP die Verstreckbarkeit eines Polyesters verbessern lässt, nicht aber dessen Zugspannung. Im Gegensatz dazu lässt sich die Zugfestigkeit eines Polyesters durch Nachkondensation verbessern, nicht aber dessen Verstreckbarkeit. Wird nun aber die Nachkondensation auf ein Polyester mit einem geringen Anteil eines HBP angewandt, lässt sich ein Material mit deutlich besserer Zugspannung und Verstreckbarkeit herstellen.

Patentansprüche

1. Verfahren zur Herstellung eines modifizierten Polyesters mit verbesserten rheologischen und mechanischen Eigenschaften, dadurch gekennzeichnet, dass
ein Polyester mit einem hyperverzweigten Polymer (HBP) vermischt und aufgeschmolzen wird
die geschmolzene Mischung durch Abkühlen in eine feste Form überführt wird
die Mischung in fester Form einer Festphasen-Nachkondensation unterzogen wird.
2. Verfahren nach Anspruch 1, wobei der Polyester ein Polyethylenterephthalat ist.
3. Verfahren nach einem oder mehreren der vorhergehenden Ansprüche, wobei der Polyester ein rezykliertes Polyethylenterephthalat ist.
4. Verfahren nach einem oder mehreren der vorhergehenden Ansprüche, wobei das HBP sechs oder mehr freie reaktive Gruppen und vorzugsweise zwölf oder mehr freie reaktive Gruppen besitzt.
5. Verfahren nach einem oder mehreren der vorhergehenden Ansprüche, wobei die reaktiven Endgruppen des HBP Hydroxyl-, Carboxyl-, Anhydrid oder Epoxy-Gruppen, vorzugsweise Hydroxyl-Gruppen sind.
6. Verfahren nach einem oder mehreren der vorhergehenden Ansprüche, wobei das HBP in einer Konzentration bezogen auf den Polyesteranteil von 0.005% bis 5%, vorzugsweise zwischen 0.02% und 0.4% vorliegt.
7. Verfahren nach einem oder mehreren der vorhergehenden Ansprüche, wobei das Mischen und Aufschmelzen des Polyesters und des HBP in einem oder mehreren Extrudern erfolgt.
8. Verfahren nach Anspruch 7, wobei zumindest einer der verwendeten Extruder ein Zweiwellenextruder oder Mehrwellenextruder ist.
9. Verfahren nach Anspruch 7 oder 8, wobei zumindest in einem der Extruder ein oder mehrere weitere Verfahrensschritte erfolgen.
10. Verfahren nach Anspruch 9, wobei der eine oder die mehreren weiteren Verfahrensschritte mindestens einer der Schritte Vortrocknung, Entgasung, Einbringung weiterer Additive oder Homogenisierung sind.
11. Verfahren nach einem der Ansprüche 7 bis 10, wobei zumindest nach der Extrusion in einem der Extruder ein oder mehrere weitere Verfahrensschritte folgen.
12. Verfahren nach Anspruch 11, wobei der eine oder die mehreren weiteren Verfahrensschritte mindestens einer der Schritte Druckaufbau, Schmelzefiltration, Entgasung oder Homogenisierung sind.
13. Verfahren nach einem oder mehreren der vorhergehenden Ansprüche, wobei die geschmolzene Mischung granuliert wird.
14. Verfahren nach einem oder mehreren der vorhergehenden Ansprüche, wobei die geschmolzene Mischung durch eine Stranggranulation granuliert wird.
15. Verfahren nach einem oder mehreren der vorhergehenden Ansprüche, wobei die Festphasen-Nachkondensation bei einer Temperatur zwischen 150°C und 250°C erfolgt.
16. Verfahren nach einem oder mehreren der vorhergehenden Ansprüche, wobei die Festphasen-Nachkondensation kontinuierlich erfolgt.
17. Verfahren nach einem oder mehreren der vorhergehenden Ansprüche, wobei vor der Festphasen-Nachkondensation

DE 101 36 911 A 1

sation ein Schritt zur Kristallisation erfolgt.

18. Produkt, das durch ein Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 17 hergestellt wird, wobei die nachkondensierte Mischung in einem weiteren Verfahrensschritt zu dem Produkt verarbeitet wird.

5 19. Produkt nach Anspruch 18, wobei es sich bei dem weiteren Verfahrensschritt um ein Spritzgussverfahren, ein Extrusionsblasverfahren, ein Folienextrusionsverfahren, ein Profilextrusionsverfahren, ein Schäumverfahren oder ein Verfahren zur Herstellung von Fasern, Garnen oder Verpackungsbändern handelt.

10 20. Additivpaket zur Herstellung eines modifizierten Polyesters, bestehend aus einem HBP und einem oder mehreren weiteren Additiven, insbesondere Schlagzähmodifikatoren, Nukleierungsmittel, Katalysatoren, Farbstoffe und Pigmente, Stabilisatoren, Verträglichkeitsmacher, molekulargewichtserhöhende oder elastizitätserhöhende Additive sowie verstärkende Fasern oder Füllstoffe.

15 21. Additivpaket nach Anspruch 20, wobei die reaktiven Endgruppen des HBP Hydroxyl-, Carboxyl-, Anhydrid oder Epoxy-Gruppen, vorzugsweise Hydroxyl-Gruppen sind.

15

20

25

30

35

40

45

50

55

60

65